TiC 颗粒增强钛基复合材料的热变形行为研究

奚正平[1,2]，王蕊宁[2]，赵永庆[1]，戚运莲[1]

(1. 西北有色金属研究院，陕西 西安 710016)

(2. 西部金属材料股份有限公司，陕西 西安 710065)

摘 要：在 Gleeble-1500 热模拟试验机上进行热压缩试验，研究了变形温度为 900~1150 ℃，应变速率为 0.001~10 s^{-1} 的 TiC 颗粒增强钛基复合材料的热变形行为。根据所得应力应变曲线分析了该合金的热变形特征，计算了 $\alpha+\beta$ 区域的平均变形激活能为 799 kJ/mol，β 区域平均变形激活能为 105 kJ/mol。并根据动力学模型建立了加工图，分析了加工图中的高功率耗散区和流变失稳区，确定了不同区域的变形机制。观察了变形后的显微组织。结果表明：在温度范围为 900~980 ℃，应变速率范围为 0.001~0.1 s^{-1} 的低应变速率区域发生了超塑性和动态再结晶；在温度范围为 1000~1100 ℃，应变速率范围为 0.1~10 s^{-1} 的高应变速率区域变形机制主要是由亚晶界迁移扩散控制的动态再结晶。两个流变失稳区分别发生在温度为 900~950℃，应变速率为 0.1~10 s^{-1} 的区域和温度为 1080~1130 ℃，应变速率为 0.001~0.01 s^{-1} 区域。

关键词：TiC 颗粒增强钛基复合材料；热变形；加工图；变形机制

中图法分类号：TG146.2+3；TG331；TG302 **文献标识码**：A **文章编号**：1002-185X(2009)08-1338-05

近年来，钛基复合材料作为一种新型材料引起了人们的广泛关注。因其具有良好的高温强度、蠕变抗力和应力持久强度，故已用于制造汽车发动机的气门阀、连杆、导弹尾翼等。国内外对于钛基复合材料的力学性能[1,2]，增强体粒子和界面之间的相互作用[3]，以及微观组织[4]等已做了大量的工作。但是，钛基复合材料的高变形抗力和高强度使其加工较为困难，因此深入研究其热变形规律对建立合理的热加工制度从而达到控制组织和性能的目的有非常重要的意义。目前对于钛基复合材料热变形行为的报道还很少见。本实验通过对 TiC 颗粒增强钛基复合材料进行高温热压缩变形的试验模拟，研究该材料在不同加工参数下的热变形行为，建立高温变形的加工图，并分析其热变形机制，为合理制定钛基复合材料的热加工工艺提供理论基础。

1 实 验

本实验的 TiC 颗粒增强钛基复合材料用西北有色金属研究院开发的预处理熔炼技术（pre-treatment melting processing，PTMP）制备。具有较高的室温强度和室温延性。用 2 次真空自耗电弧炉熔炼质量约 25 kg 的铸锭，在空气锤上将铸锭锻制成 Φ20 mm 左右的棒材，然后将棒材旋锻成 Φ13 mm 的细棒，沿轴向机加工成 Φ8 mm×12 mm 的柱形试样。在 Gleeble-1500 热模拟机上进行高温压缩试验。试验温度范围为 900~1150 ℃，温度间隔为 50 ℃，应变速率为 0.001~10 s^{-1}，最大变形量为 70%。压缩方式为轴向压缩，完毕后立即水淬，以保留变形后的组织。然后沿着压缩轴的方向将试样切开，制备金相试样，并沿轴向切取 3 mm 的薄片来制备透射电镜试样。金相观察在 OLMPUS PMG 光学显微镜上进行。TEM 观察在 JEM-3010 透射电镜上进行。变形前材料锻态的显微组织如图 1 所示，基体主要由片条状 α 相和少量 β 相组成。

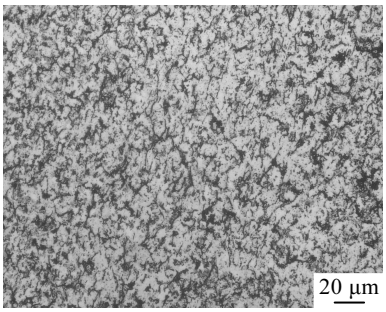


图 1 变形前锻态 TiC 颗粒增强钛基复合材料的金相照片

Fig.1 Microstructure of TiC particle-reinforced Ti matrix composite before deformation

收到初稿日期：2008-08-13；**收到修改稿日期**：2009-05-07

基金项目：国家重点自然科学基金（50434030）；国家“973”项目（2007CB613807）

作者简介：奚正平，男，1966 年生，教授，博导，西北有色金属研究院，陕西 西安 710016，电话：029-86231095，E-mail: pmt-skl@c-nin.com

2　结果与讨论

2.1　应力-应变曲线

图 2 为 TiC 颗粒增强钛基复合材料在 950 和 1100 ℃变形的真应力-真应变曲线，分别代表相变点之下和相变之上的变形行为。主要有以下 3 个特征：

1) 不同温度下应变速率低于 0.01 s^{-1} 的流变应力曲线表现为应力随应变增加的变化很小，即稳态流变。这与动态回复有关。

2) 在相变点之下，变形速率高于 0.01 s^{-1} 的流变应力曲线在达到峰值后缓慢下降，表现出明显的应力峰值，说明发生了动态回复或动态再结晶。

3) 在相变点之上，变形速率为 0.01，0.1，1 s^{-1} 的曲线出现明显的应力峰值，这与动态回复，动态再结晶有关；而 10 s^{-1} 的曲线则表现出应力不连续屈服现象，这表明材料中发生了动态再结晶、局部流动或不稳定流变。

2.2　加工图

图 3 为由 TiC 颗粒增强钛基复合材料的真应力-真应变曲线中所得稳态应力数据，根据动态模型建立的应变 0.8 的热加工图。图中等值线上的数字表示功率耗散系数，阴影区为流变失稳区。其中功率耗散系

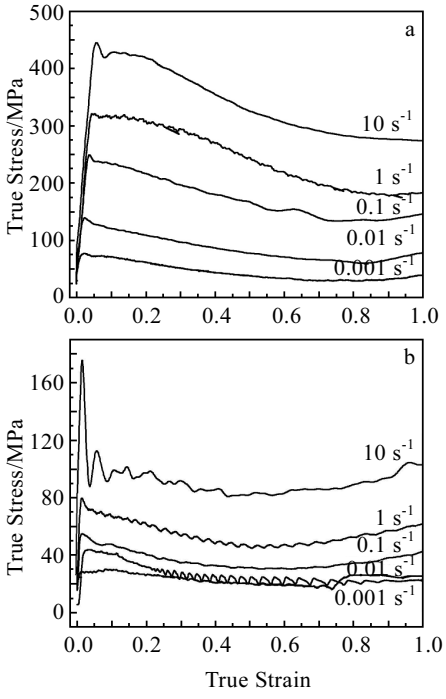


图 2　TiC 颗粒增强钛基复合材料在不同温度下的真应力-真应变曲线

Fig.2　True stress-true strain curves of TiC particle- reinforced Ti matrix composite at different temperatures: (a) 950 ℃ and (b) 1100 ℃

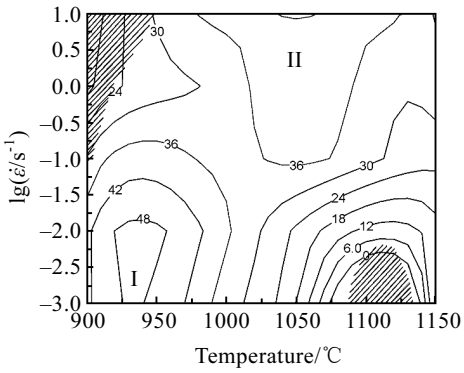


图 3　TiC 颗粒增强钛基复合材料真应变为 0.8 时的加工图

Fig.3　Processing map for TiC particle reinforced Ti matrix composite at strain of 0.8

数 η 和表示流变失稳判据的无量纲参数 $\zeta(\dot{\varepsilon})$ 分别由下式求出[5,6]：

$$\eta = \frac{2m}{m+1} \tag{1}$$

$$\zeta(\dot{\varepsilon}) = \frac{\partial \ln\left[m/(m+1)\right]}{\partial \ln \dot{\varepsilon}} + m \tag{2}$$

式中，m 为应变速率敏感系数，$\dot{\varepsilon}$ 为应变速率。当 $\zeta(\dot{\varepsilon})$ 小于零时，则表明材料变形组织中发生了流变失稳现象。从图 3 中可以看到有 2 个功率耗散系数较大的区域。

（1）低应变速率区域（区域 I）发生在温度范围 900~ 980 ℃，应变速率范围 0.001~0.1 s^{-1}。其中功率耗散系数大于 48%的峰值区在温度 920~940 ℃，应变速率小于 0.01 s^{-1} 的区域。该区域（区域 1）功率耗散系数随应变速率的降低而增大，这种现象与超塑性有关。据报道[7]由于超塑性变形过程中晶界的高迁移性，导致耗散系数较大。

图 4a 是钛基复合材料在 950 ℃，0.001 s^{-1} 变形的金相组织，为细小均匀的等轴晶粒。从图 2a 中可以看到 950 ℃，0.001 s^{-1} 的变形曲线为稳态流变，无明显的应力峰值出现，这说明其变形机制与动态再结晶无关。而在一定的温度和较低的应变速率下发生的变形会在晶界附近产生很大的畸变，高温下首先回复而发生软化，使变形得以在这些区域不断进行而引起所谓的晶界滑动。所以，可以认为此时发生了超塑性变形。根据加工图中可能发生超塑性变形的峰值区域 920 ℃，0.001 s^{-1} 做了超塑性试验验证，其高温延伸率为 162%，证实了该材料具有超塑性。

能发生超塑性变形的材料必须具有晶粒细小的组织特征，而有研究[8]表明，TiC 颗粒的加入细化了基体组织。而且高温下基体软化变形，TiC 颗粒的形状(图 4b)表明，颗粒本身不变形而是随基体变形发生转动，

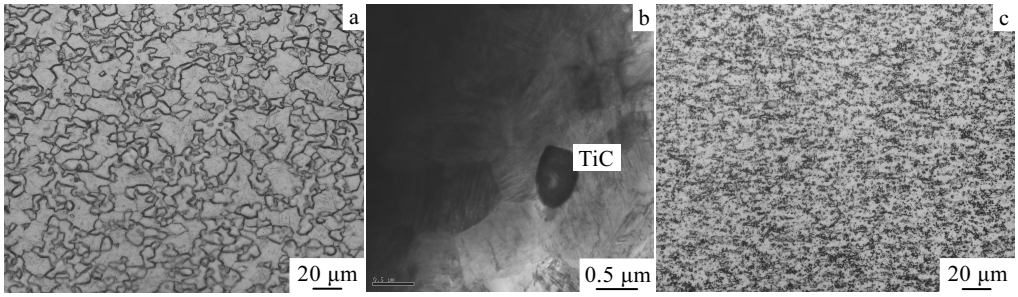


图 4　TiC 颗粒增强钛基复合材料在不同变形条件下的显微组织

Fig.4　Microstructures of TiC particle-reinforced Ti matrix composite under different deformation conditions: (a) 950℃, 0.001 s^{-1}, (OM), (b) 950 ℃, 0.1 s^{-1} (TEM), and (c) 950 ℃, 0.1 s^{-1}(OM)

变形过程中通过影响位错运动方向改变基体中的滑移行为。图 4c 为 950 ℃，0.1 s^{-1} 变形的金相组织，比原始组织(图 1)晶粒细小均匀，是明显的再结晶后组织。而且由加工图中可见，在该温度随应变速率增加，其功率耗散系数减小。在耗散系数大于 30%的区域都有可能发生动态再结晶或回复。

为进一步分析其变形机制，采用已广泛用于金属材料热变形研究中的双曲正弦模型来描述流变应力与变形温度和应变速率的关系，即：

$$\dot{\varepsilon} = A\left[\sinh(\alpha\sigma)\right]^n \exp(-Q/RT) \qquad (3)$$

式中，$\dot{\varepsilon}$ 为应变速率，T 为变形温度，R 为气体常数，A，α 为材料常数，Q 为变形激活能。对式(3)两边取偏微分可得：

$$Q = R\left[\frac{\partial \ln(\sinh(\alpha\sigma))}{\partial(1/T)}\right] \Big/ \left[\frac{\partial \ln(\sinh(\alpha\sigma))}{\partial \ln(\dot{\varepsilon})}\right] \qquad (4)$$

图 5a 为应力与应变速率的关系，图 5b 为应力与温度的关系。根据其斜率由(4)式可求出 $\alpha+\beta$ 区域平均变形激活能为 799 kJ/mol，β 区域平均变形激活能为 105 kJ/mol。可见相变点上下变形机制是不同的，需要进一步分析。$\alpha+\beta$ 区域变形激活能远高于 α 钛(150 kJ/mol)和 β 钛(153 kJ/mol)的自扩散激活能，说明在双相区的主导变形机制不是由扩散控制的动态回复而是动态再结晶。这也与 TiC 颗粒的加入对晶界迁移的拖曳作用有关，造成晶界、滑移带畸变能量高、不稳定，而成为再结晶核心。图 4b 为在 TiC 颗粒周围形成的等轴再结晶晶粒。

（2）高应变速率区域（区域 II）发生在温度范围 1000~ 1100 ℃，应变速率范围 0.1~10 s^{-1}。其中功率耗散系数大于 36%的峰值区在温度 1050 ℃，10 s^{-1} 的区域。本实验中在相变点之上变形，应变速率为 10 s^{-1} 的曲线表现出应力不连续屈服现象。在变形试样中未发现局部流变现象，而功率耗散系数为 36%正是发生动态再结晶的区域。在较高温度，高应变速率变形时，由于变形时间较短，回复不易发生，因而位错密度高，高温下容易通过扩散形成亚晶，某些亚晶界中位错可通过攀移和交滑移而迁出，使亚晶聚合长大，亚晶界迁移亚晶长大，发生再结晶。且基体变形时在 TiC 颗粒周围形成的应变梯度也将起到再结晶晶核的作用。图 6a 是钛基复合材料在 1050 ℃，10 s^{-1} 变形的金相组织。可以看到组织发生完全再结晶。图 6b，6c 分别是 1050 ℃，1 s^{-1} 和 0.1 s^{-1} 变形的金相组织。都表现为细

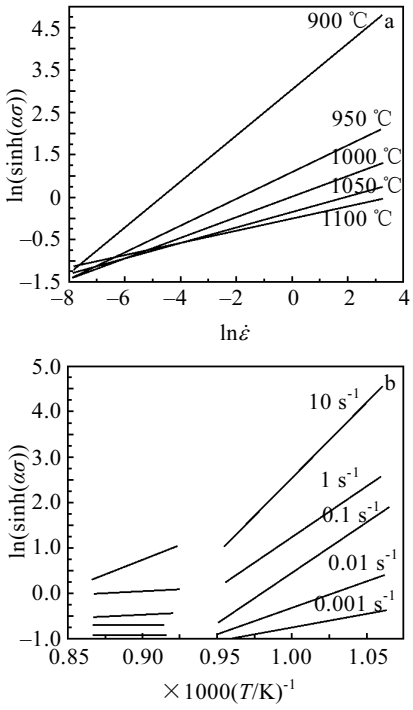


图 5　TiC 颗粒增强钛基复合材料应力与应变速率的关系及应力与温度的关系

Fig.5　Plot of TiC particle reinforced Ti matriax composite: (a) stress vs. strain rate and (b) stress vs. inverse of temperature



图 6　TiC 颗粒增强钛基复合材料在不同变形条件下的显微组织

Fig.6　OM Microstructures of TiC particle-reinforced Ti matrix composite under different deformation conditions: (a) 1050 ℃, 10 s^{-1}, (b) 1050 ℃, 1 s^{-1}, and (c) 1050 ℃, 0.1 s^{-1}

小均匀的再结晶组织。且随变形速率减小，再结晶晶粒逐渐增大。这说明该合金对应变速率敏感。β 区域平均变形激活能为 105 kJ/mol，说明在 β 区域发生的再结晶是由亚晶界迁移扩散控制的。因为高温下位错攀移容易进行，亚晶界容易迁移长大，亚晶也容易转动、聚合成为再结晶核心。

图 3 中有两个流变失稳区。（1）低温高应变速率区域：900~950 ℃，0.1~10 s^{-1}。图 7a 为在 900 ℃，10 s^{-1} 变形的低倍金相组织。可以看到明显的剪切带。这是因为钛合金导热系数小，低温高应变速率下，变形热来不及散发，局部温升过高，导致剪切带的出现。机制主要为试样中的易变形区由于畸变能较高已发生动态回复或再结晶，应力出现明显的软化现象，而难变形区来不及进行原子的扩散和位错的攀移，位错聚集，需要更高的应力才能继续塑性变形，因此试样中变形不一致程度增大。图 2a 中对应的 10 s^{-1} 流变曲线表现为明显的峰值应力波动现象。（2）高温低应变速率区域：1080~1130 ℃，0.01~0.001 s^{-1}。高温下晶界弱化，变形时除了晶粒内滑移外，还会发生晶界迁移，第二相往往分布于晶界，使晶界变脆，变形过程中裂纹优先起源于晶界。图 7b 所示为 1100 ℃，0.001 s^{-1} 变形的金相组织。可以看到较大的 β 晶粒上密布着 β 转变组织。图 7c 为 1100 ℃，0.001 s^{-1} 变形的 TEM 组织中析出物和位错在晶界的聚集情况。这些区域都是加工过程中应该避免的。

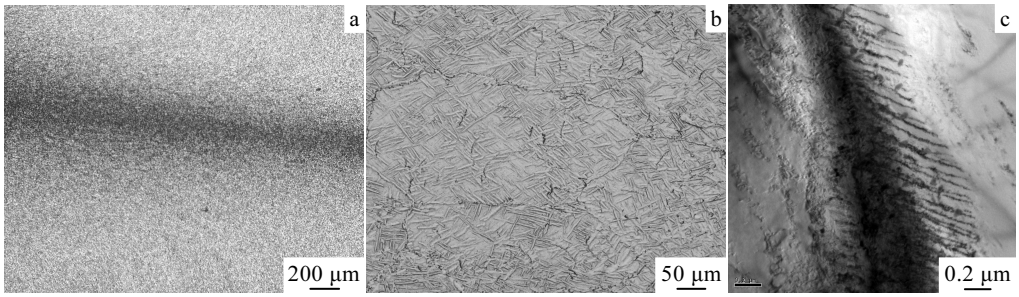


图 7　TiC 颗粒增强钛基复合材料在不同变形条件的显微组织

Fig.7　Microstructures of the TiC particle-reinforced Ti matrix composite under different deformation conditions: (a) 900 ℃, 10 s^{-1}, (OM), (b) 1100 ℃, 0.001 s^{-1} (OM), and (c) 1100 ℃, 0.001 s^{-1} (TEM)

3　结　论

1) TiC 颗粒增强钛基复合材料的真应力-真应变曲线表现出 3 个特征：稳态流变现象；具有明显的应力峰值流变现象和应力不连续屈服现象。求出的 $\alpha+\beta$ 区域平均变形激活能为 799 kJ/mol，β 区域平均变形激活能为 105 kJ/mol。

2) 2 个功率耗散系数较大的区域：低应变速率区域（区域 1）发生在温度范围 900~980 ℃，应变速率范围 0.001~0.1 s^{-1}，其中 920~940 ℃，速率为 0.001 s^{-1} 的区域发生了超塑性变形；高应变速率区域发生在温度范围 1000~1100 ℃，应变速率范围 0.1~10 s^{-1}，变形机制主要是由亚晶界迁移扩散控制的动态再结晶。

3) 2 个流变失稳区：低温高应变速率区域发生在 900~950 ℃，0.1~10 s^{-1}，由于低温高应变速率使变形不一致程度增大，导致剪切带的出现；高温低应变速

率区域发生在 1080~1130 ℃，0.01~0.001 s^{-1}。高温下晶界弱化，第二相分布于晶界使变形过程中裂纹优先起源于晶界。

参考文献 References

[1] Zhang Tingjie(张廷杰), Zeng Quanpu(曾泉浦), Mao Xiaonan (毛小南) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2001, 30(2): 85

[2] Morton J. *Powder Metallurgy*[J], 1997, 40(2): 106

[3] Lofvander J P A, Court S A, Kirchhein R *et al. Script Metall*[J], 1987, 21: 859

[4] Mao Xiaonan(毛小南), Zhou Lian(周 廉), Zhou Yigang(周义刚) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2004, 33(6): 620

[5] Prasad Y V R K, Gegel H L, Doraivelu S M *et al. Metall Trans*[J], 1984, 15A: 1883

[6] Prasad Y V R K, Sasidhara S eds. *Hot Working Guide*: *A Compendium of Processing Maps*[M]. OH: ASM International, 1997

[7] Zhou Yigang(周义刚), Zeng Weidong(曾卫东), Yu Hanqing (俞汉清) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2005, 34(S): 715

[8] Zhang Tingjie(张廷杰), Zeng Quanpu(曾泉浦), Mao Xiaonan (毛小南) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 1999, 28(1): 14

Study on Hot Deformation Behavior of TiC Particle-Reinforced Ti Matrix Composites

Xi Zhengping[1,2], Wang Ruining[2], Zhao Yongqing[1], Qi Yunlian[1]

(1. Northwest Institute for Nonferrous Metal Research, Xi'an 710016, China)

(2. West Metal Materials Co. Ltd, Xi'an 710065, China)

Abstract: The hot deformation behaviors of TiC particle-reinforced Ti matrix composites were studied at the temperature range of 900~1150 ℃ and the strain rate range of 0.001~10 s^{-1} on the Gleeble-1500 simulator by the hot compression test. On the basis of the obtained stress-strain curves, the hot deformation characteristics of the alloys were analyzed; the average deformation activation energy of 799 kJ/mol in the (α+β) region and 105 kJ/mol in the β region were calculated using kinetic rate equation, and the processing map for hot working was established based on the kinetic model. The high-power dissipation region and flow instability region in the processing map were analyzed. The deformation mechanism of different regions in the processing map was determined and the microstructure evolution after deformation was observed and studied. The results show that superplastic deformation and dynamic recrystallization was observed at 900~980 ℃ and 0.001~0.1 s^{-1}; the leading deformation mechanism is dynamic recrystallization which controlled by sub-boundary migration and diffusion at 1000~1100 ℃ and 0.1~10 s^{-1}; and the two flow instability regions appeared at the temperature range of 900~950 ℃ and strain rate range of 0.1~10 s^{-1} and the temperature range of 1080~1130 ℃ and strain rate range of 0.001~0.01 s^{-1} according to the processing map.

Key words: TiC particle-reinforced Ti matrix composite; hot deformation; processing map; deformation mechanism

---

Biography: Xi Zhengping, Ph. D., Professor, Northwest Institute for Nonferrous Metal Research, Xi'an 710016, P. R. China, Tel: 0086-29-86231091, E-mail: pmt-skl@c-nin.com